

Asam klorida teknis





© BSN 2015

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif	1
3 Istilah dan definisi	1
4 Syarat mutu	1
5 Cara pengambilan contoh	1
6 Cara uji	2
7 Syarat lulus uji	15
8 Pengemasan	15
9 Penandaan	15
Bibliografi	16



Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) 2557:2015, *Asam klorida teknis*, merupakan revisi dari SNI 06-2557-1992, *Asam klorida teknis*. Revisi dilakukan pada syarat mutu dan cara uji asam klorida teknis.

Standar ini direvisi dengan tujuan:

- Meningkatkan perlindungan kepada konsumen, pelaku usaha, tenaga kerja dan lingkungan hidup;
- Membantu kelancaran perdagangan;
- Mewujudkan persaingan usaha yang sehat dalam perdagangan.

Standar ini disusun oleh Komite Teknis 71-01, Teknologi Kimia dan telah dibahas dalam rapat konsensus lingkup Komite Teknis di Bogor pada tanggal 24 September 2013. Hadir dalam rapat tersebut wakil dari pemerintah, produsen, konsumen, tenaga ahli dan institusi terkait lainnya. SNI ini juga telah melalui konsensus nasional yaitu jajak pendapat pada tanggal 14 Januari 2015 sampai 16 Maret 2015 dan disetujui menjadi Rancangan Akhir SNI (RASNI) untuk ditetapkan menjadi SNI.



Asam klorida teknis

1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan syarat mutu dan cara uji asam klorida teknis yang dipakai sebagai bahan baku dan bahan penolong pada industri.

2 Acuan normatif

SNI 0429, *Petunjuk pengambilan contoh cairan dan semi padat*

3 Istilah dan definisi

3.1

asam klorida teknis

bahan kimia berbentuk cairan yang berasap dengan bau yang menyengat, jernih tak berwarna sampai kekuning-kuningan, bersifat asam kuat, dengan rumus kimia HCl

4 Syarat mutu

Syarat mutu asam klorida teknis sesuai Tabel 1 di bawah ini.

Tabel 1 – Syarat mutu

No.	Parameter uji	Satuan	Persyaratan		
			Tipe 1	Tipe 2	Tipe 3
1	Asam klorida sebagai HCl	fraksi massa, %	Min. 32,0	Min. 31,0	Min. 30,0
2	Sulfat sebagai SO ₄	fraksi massa, %	Maks. 0,5	Maks. 1	-
3	Sisa pijaran	fraksi massa, %	Maks. 0,05	Maks. 0,1	Maks. 0,2
4	Oksidator sebagai Cl ₂	mg/kg	Maks. 50	Maks. 50	-
5	Besi sebagai Fe	mg/kg	Maks. 5	Maks. 10	Maks. 50
6	Timbal sebagai Pb	mg/kg	Maks. 1	Maks. 1	-
7	Merkuri sebagai Hg	mg/kg	Maks. 0,1	Maks. 0,1	-
CATATAN Fraksi massa adalah bobot/bobot.					

5 Cara pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SNI 0429, *Petunjuk pengambilan contoh cairan dan semi padat*, dengan memperhatikan sifat asam klorida teknis yang korosif terhadap logam, mudah menguap dan berasap sehingga peralatan pengambilan contoh dan wadah contoh uji tidak berbahan logam (misalnya gelas dan plastik) dan tertutup rapat untuk menghindari penguapan gas HCl.

6 Cara uji

6.1 Kadar asam klorida sebagai HCl

6.1.1 Prinsip

Asam klorida dititrasi dengan larutan standar natrium hidroksida dengan indikator phenolphthalein.

6.1.2 Peralatan

- Buret 50 mL;
- Botol timbang 50 mL bertutup asah;
- Timbangan analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- Erlenmeyer 500 mL.

6.1.3 Pereaksi

- Larutan indikator phenolphthalein (pp) 10 g/L
Larutkan 1 g phenolphthalein dalam 100 mL etanol (95%), metanol atau isopropanol.
- Larutan standar NaOH 0,5 N
Larutkan 20,0 g NaOH dalam ± 150 mL air bebas CO₂, dinginkan, encerkan dengan air bebas CO₂ sampai 1 L, homogenkan. Standarisasikan larutan NaOH dengan standar primer potasium hidrogen phthalat (KHC₈H₄O₄) sebagai berikut:
 - Panaskan ± 20 g KHC₈H₄O₄ pada 120 °C selama 2 jam, dinginkan dalam desikator;
 - Timbang dengan teliti $4,75 \pm 0,05$ g KHC₈H₄O₄ pindahkan ke erlenmeyer 500 mL, bilas dan tambahkan air bebas CO₂ sampai ± 100 mL, larutkan dan homogenkan, tambah 3 tetes larutan indikator phenolphthalein, titrasi dengan larutan NaOH sampai timbul warna merah muda;
 - Hitung normalitas larutan NaOH dengan perhitungan sebagai berikut:

$$\text{Normalitas} = \frac{W \times 1\,000}{204,23}$$

Keterangan:

W adalah berat KHC₈H₄O₄ (g);

204,23 adalah berat setara KHC₈H₄O₄ (g/mol ekuivalen);

V adalah volume larutan NaOH (mL).

CATATAN Untuk standarisasi larutan NaOH dapat juga menggunakan standar primer lainnya seperti Asam Sulfamat (NH₂SO₃H) atau Asam Oksalat (H₂C₂O₄).

6.1.4 Cara kerja

- Timbang botol timbang 50 mL yang sudah terisi ± 30 mL air. Tambahkan 2,2 g – 2,8 g contoh uji, segera tutup dan timbang;
- Pindahkan contoh uji ke dalam erlenmeyer 500 mL yang sudah terisi ± 50 mL air, bilas dengan air, tambahkan 3 tetes sampai 5 tetes larutan indikator phenolphthalein;
- Titrasi dengan larutan standar NaOH 0,5 N sampai titik akhir titrasi, timbul warna merah muda.

6.1.5 Perhitungan

$$\text{Kadar HCl (\%)} = \frac{V \times N \times 36,46}{W \times 1\,000} \times 100$$

Keterangan:

- 36,46 adalah berat ekuivalen HCl (g/mol ekuivalen);
 V adalah volume NaOH 0,5 N (mL);
 N adalah Normalitas NaOH (mol ekuivalen/L);
 W adalah berat contoh uji (g).

6.2 Kadar sulfat sebagai SO₄

6.2.1 Analisa kadar sulfat (SO₄) dengan spektrofotometri

6.2.1.1 Prinsip

Senyawa sulfat direaksikan dengan larutan barium klorida membentuk endapan barium sulfat. Kekeruhan yang terbentuk diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang antara 450 nm sampai dengan 550 nm.

6.2.1.2 Peralatan

- Labu ukur 50 mL;
- Gelas piala 100 mL;
- Cawan penguapan;
- Penangas air;
- Timbangan analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- Spektrofotometer UV.

6.2.1.3 Pereaksi

- BaCl₂.2H₂O p.a.;
- Larutan Na₂CO₃ 1 N;
- Larutan HCl 1 N;
- Larutan standar SO₄ 0,100 g/L (1 mL = 0,1 mg SO₄).
 Pipet 20,80 mL larutan standar H₂SO₄ 0,1 N ke dalam labu ukur 1 L, tambahkan air sampai tanda batas, homogenkan.

6.2.1.4 Cara kerja

6.2.1.4.1 Pembuatan kurva standar

- Siapkan sembilan buah labu ukur 50 mL, pipet larutan standar SO₄ (1 mL = 0,1 mg SO₄) dan masukkan ke dalam labu ukur masing-masing: 0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL; 15,0 mL; 20,0 mL; 25,0 mL; 30,0 mL; 35,0 mL dan 40,0 mL;
- Pada setiap labu ukur, tambahkan 2 mL larutan Na₂CO₃ 1 N dan 5 mL larutan HCl 1 N, kemudian aduk, tambahkan air sampai tanda batas, homogenkan;
- Pipet 25 mL dari masing-masing larutan di atas, kecuali larutan pertama (0 mL standar SO₄), ke dalam gelas piala 100 mL yang kering yang sudah terisi 0,15 g BaCl₂.2H₂O. Aduk dengan tangan selama 1 menit dengan kecepatan 2 putaran per detik;
- Diamkan selama 15 menit pada suhu antara 18 °C sampai dengan 22 °C;

- e) Aduk dan ukur larutan pertama (0 mL standar SO_4) dengan spektrofotometer pada panjang gelombang sekitar 470 nm dan atur sebagai zero. Lanjutkan pengukuran terhadap larutan yang lainnya;
- f) Buat kurva kalibrasi dengan cara menarik garis antara nilai hasil pengukuran terhadap kandungan SO_4 (dalam mg).

6.2.1.4.2 Penentuan kadar SO_4

- a) Timbang 5 g contoh uji dalam cawan penguapan, kemudian tambahkan 2 mL larutan Na_2CO_3 1 N. Uapkan sampai kering di atas penangas air, larutkan residu dengan 5 mL larutan HCl 1 N, tambahkan 20 mL air. Panaskan beberapa menit di atas penangas air, dinginkan dan pindahkan larutan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 50 mL;
- b) Pipet 25 mL dan segera masukan ke dalam gelas piala 100 mL yang sudah terisi 0,15 g $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Aduk dengan tangan selama 1 menit dengan kecepatan 2 putaran per detik;
- c) Diamkan selama 15 menit pada suhu antara 18 sampai dengan 22 °C;
- d) Untuk blanko masukkan pereaksi-periaksi yang digunakan ke dalam labu ukur 50 mL, tambah air sampai tanda batas, pipet 25 mL dan masukan ke dalam gelas piala 100 mL yang sudah terisi 0,15 g $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, homogenkan, diamkan selama 15 menit;
- e) Ukur larutan contoh uji dan blanko dengan spektrofotometer pada panjang gelombang sekitar 470 nm.

CATATAN Jika kekeruhan larutan contoh uji lebih besar dari kekeruhan standar terbesar atau hasil pengukuran contoh uji di luar kurva kalibrasi, encerkan sejumlah larutan (langkah: a) atau timbang dengan berat kurang dari 5 g ke dalam 50 mL dan lanjutkan prosedur selanjutnya.

6.2.1.5 Perhitungan

$$\text{Kadar } \text{SO}_4 (\%) = \frac{(A - B)}{W \times 1000} \times 100$$

Keterangan:

- A adalah berat SO_4 dalam contoh uji (mg);
- B adalah berat SO_4 dalam blanko (mg);
- W adalah berat contoh uji (g).

6.2.2 Analisa kadar sulfat (SO_4) dengan gravimetri

6.2.2.1 Prinsip

Senyawa sulfat direaksikan dengan larutan barium klorida membentuk endapan barium sulfat yang kemudian dianalisa berdasarkan gravimetri.

6.2.2.2 Peralatan

- a) Gelas piala 400 mL;
- b) Kertas saring bebas abu;
- c) Cawan porselin;
- d) Tanur;
- e) Penangas pasir;
- f) Timbangan analitik dengan ketelitian 0,1 mg.

6.2.2.3 Pereaksi

- Larutan BaCl_2 120 g/L
Larutkan $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 120 g dalam 750 mL air, saring bila keruh, encerkan dengan air sampai 1 L, homogenkan.
- Larutan bromin jenuh
Ke dalam 1 L air di dalam botol kaca-bertutup, tambahkan bromin dan aduk sampai tidak ada lagi bromin yang dapat larut dalam larutan tersebut.
- Larutan AgNO_3 17 g/L
Larutkan AgNO_3 17 g dalam air, aduk, encerkan sampai 1 L, homogenkan dan simpan dalam botol amber.

6.2.2.4 Cara kerja

- Timbang 50 g contoh uji dalam gelas piala 400 mL. Tambahkan air bromin secukupnya, sampai warna larutan kuning kemerahan. Uapkan larutan contoh uji sampai sisa larutan contoh uji ± 3 mL, dengan pemanas listrik di dalam ruang asam;
- Encerkan larutan contoh uji dengan air sampai 300 mL. Jika larutan keruh, saring dengan kertas saring dan tampung filtratnya dalam gelas piala 400 mL, cuci kertas saring (dua kali) dengan sedikit air panas;
- Panaskan larutan sampai mendidih dan tambahkan 10 mL larutan BaCl_2 , tetes demi tetes sambil diaduk, lanjutkan pemanasan selama 5 menit. Tutup gelas piala dan panaskan di atas penangas air selama 3 jam atau lebih;
- Saring dengan kertas saring halus (tanpa abu) secara kuantitatif. Cuci dengan air panas, sampai air cucian bebas ion klorida (untuk mengetahui bebas klorida, tambahkan beberapa tetes larutan AgNO_3 ke dalam air cucian);
- Pindahkan kertas saring beserta endapan hasil penyaringan ke dalam cawan porselin atau cawan platina yang sudah ditimbang berat kosongnya secara konstan. Panaskan sampai jadi arang tanpa nyala api dan panaskan dalam tanur pada suhu 800°C sampai didapat berat konstan.

6.2.2.5 Perhitungan

$$\text{Kadar SO}_4 (\%) = \frac{W_1 \times 0,4116}{W_2} \times 100$$

Keterangan:

W_1 adalah berat endapan BaSO_4 (g);
 W_2 adalah berat contoh uji (g);
 0,4116 adalah faktor $\text{SO}_4/\text{BaSO}_4$.

6.3 Kadar sisa pijaran

6.3.1 Prinsip

Senyawa yang tidak menguap setelah ditambah asam sulfat dan pemanasan yang kemudian dianalisa berdasarkan gravimetri.

6.3.2 Peralatan

- Cawan porselin atau platina 150 mL;
- Tanur;
- Penjepit cawan;
- Desikator;
- Timbangan analitik dengan ketelitian 0,1 mg.

6.3.3 Pereaksi

Larutan asam sulfat (1:1)

Tambahkan perlahan-lahan sambil diaduk 100 mL H_2SO_4 pekat (berat jenis 1,84) ke dalam 100 mL air.

6.3.4 Cara kerja

- Panaskan cawan porselin dalam tungku pemanas pada suhu $(800 \pm 25) ^\circ\text{C}$ selama 10 menit atau lebih. Dinginkan dalam desikator sampai suhu kamar kemudian timbang dengan teliti (A);
- Homogenkan contoh uji dan timbang contoh uji sebanyak 50 g dalam cawan porselin (B), tambahkan 4 tetes H_2SO_4 (1:1), uapkan sampai hampir kering di ruang asam dengan pemanas listrik. Setelah penguapan, panaskan dalam tanur selama 10 menit. Gunakan penjepit cawan pada saat pemindahan cawan;
- Dinginkan dalam desikator dan timbang dengan teliti (C).

6.3.5 Perhitungan

$$\text{Kadar sisa pijar (\%)} = \frac{(C - A)}{(B - A)} \times 100$$

Keterangan:

- A adalah berat cawan kosong (g);
 B adalah berat cawan dan contoh uji (g);
 C adalah berat cawan dan sisa pijar (g).

6.4 Kadar oksidator sebagai Cl_2

6.4.1 Prinsip

Oksidator sebagai klor aktif dapat dianalisa dengan menambahkan kalium iodida berlebihan, Ion iod yang dibebaskan dititrasi dengan natrium tiosulfat dengan indikator amilum.

6.4.2 Pereaksi

- Larutan CH_3COOH pekat;
- Padatan KI;
- Larutan standar $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,01 N;
 Larutkan 2,5 g padatan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dalam 1 L air. Standardisasikan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dengan standar primer KIO_3 sebagai berikut:
 - Timbang dengan teliti 0,4 g KIO_3 , larutkan dalam labu ukur 250 mL, homogenkan.

- Pipet 10 mL larutan KIO_3 masukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL kemudian tambahkan air sampai 50 mL.
- Tambahkan 1 g padatan KI. Setelah KI larut, tambahkan 15 mL HCl 1,0 N dan segera titrasi dengan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, pada saat warna larutan menjadi kuning muda, tambahkan 1 mL larutan amilum 0,5 % dan lanjutkan titrasi sampai warna biru hilang.
- Hitung normalitas larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dengan perhitungan sebagai berikut:

$$\text{Normalitas} = \frac{W \times 1\,000 \times 10}{V \times 35,67 \times 250}$$

Keterangan:

W adalah berat KIO_3 (g);

35,67 adalah berat setara KIO_3 (g/mol ekuivalen);

V adalah volume larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (mL).

CATATAN untuk standarisasi larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dapat juga menggunakan standar primer lainnya seperti Kalium dikromat ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$).

- d) Larutan indikator amilum 0,5 %.
Campur 0,5 g amilum dengan 5 mL air, tambahkan 95 mL air mendidih, homogenkan.

6.4.3 Peralatan

- Botol timbang;
- Timbangan analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- Erlenmeyer 250 mL;
- Buret amber 50 mL.

6.4.4 Cara kerja

- Larutkan 1 g padatan KI dalam 50 mL air di dalam erlenmeyer 250 mL;
- Timbang 20 g contoh uji dengan teliti dalam botol timbang, masukkan contoh uji tersebut ke dalam larutan di atas dan tambahkan 1 mL larutan amilum 0,5 %;
- Segera titrasi dengan larutan standar $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,01 N sampai warna biru hilang.

6.4.5 Perhitungan

$$\text{Kadar } \text{Cl}_2 \text{ (mg/kg)} = \frac{V \times N \times 35,46 \times 1\,000}{W}$$

Keterangan:

35,46 adalah berat ekuivalen klor (g/mol ekuivalen);

N adalah normalitas larutan standar $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (mol ekuivalen/L);

V adalah volume larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,01N (mL);

W adalah berat contoh uji (g).

6.5 Kadar besi sebagai Fe

6.5.1 Analisa kadar besi (Fe) dengan spektrofotometri

6.5.1.1 Prinsip

Fe (III) direduksi dengan hidroksilamina hidroklorida menjadi Fe (II), dengan penambahan o-phenantrolin berlebih, dalam suasana larutan penyangga asetat pH 3,5 – 4,0, akan terbentuk ikatan kompleks yang berwarna merah-jingga. Intensitas warna yang terbentuk diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 510 nm.

6.5.1.2 Peralatan

- a) Spektrofotometer;
- b) Labu ukur 100 mL;
- c) Gelas piala 100 mL;
- d) Kertas *congo red*;
- e) pHmeter.

6.5.1.3 Pereaksi

- a) Larutan penyangga amonium asetat – asam asetat
Larutkan 100 g $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ dalam 600 mL air, saring bila keruh, tambahkan 200 mL asam asetat pekat, encerkan dengan air sampai 1 L, homogenkan.
- b) Larutan amonium hidroksida (1:1)
Encerkan 500 mL NH_4OH pekat dengan air 500 mL, homogenkan.
- c) Larutan hidroksilamina hidroklorida (100 g/L)
Larutkan 100 g $\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$ dengan air 600 mL, saring bila keruh, encerkan dengan air sampai 1 L, homogenkan.
- d) Larutan standar besi 10 mg/L (1 mL = 0,01 mg Fe)
Pipet 10 mL larutan induk standar Fe 1 000 mg/L ke dalam labu ukur 1 L, encerkan dengan air sampai tanda batas, homogenkan.
- e) Larutan 1,10 phenantrolin monohydrate / orto-phenantrolin (3 g/L);
Larutkan 3 g 1,10 phenantrolin monohydrate dengan 500 mL air, tambahkan 1 mL HCl pekat, aduk dan saring bila keruh, encerkan dengan air sampai 1 L, homogenkan.
- f) Larutan asam sulfat (1:1)
Tambahkan perlahan-lahan sambil diaduk satu bagian H_2SO_4 pekat ke dalam satu bagian air.

6.5.1.4 Cara kerja

6.5.1.4.1 Pembuatan kurva standar

- a) Siapkan lima buah labu ukur 100 mL, pipet larutan standar Fe (1 mL = 0,01 mg Fe) dan masukkan ke dalam labu ukur masing-masing: 0 mL; 2,0 mL; 4,0 mL; 8,0 mL dan 10,0 mL;
- b) Pada setiap labu ukur, tambahkan air suling \pm 20 mL dan pereaksi-pereaksi secara berurutan (seperti langkah (c)), homogenkan setiap selesai penambahan pereaksi;
- c) Tambahkan 1 mL larutan hidroksilamina hidroklorida, tambahkan 5 mL 1,10 phenantrolin, masukkan kertas *congo red*, atur hingga pH larutan menjadi 3,5 – 4,0 dengan penambahan larutan NH_4OH (1:1). Tambahkan 5 mL larutan penyangga asetat;

- d) Encerkan dengan air sampai tanda batas, homogenkan. Diamkan selama 15 menit;
- e) Ukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 510 nm;
- f) Buat kurva kalibrasi dengan cara menarik garis nilai absorban terhadap kandungan Fe (dalam mg).

6.5.1.4.2 Penentuan kadar besi

- a) Timbang 25 g contoh uji dalam gelas piala 150 mL, tambahkan 1 mL larutan H_2SO_4 (1:1), uapkan sampai hampir kering di ruang asam dengan pemanas listrik. Dinginkan, tambahkan ± 25 mL air dan pindahkan ke labu ukur 100 mL;
- b) Tambahkan pereaksi-pereaksi secara berurutan (seperti langkah (c)), homogenkan setiap selesai penambahan pereaksi;
- c) Tambahkan 1 mL larutan hidrosilamina hidroklorida, tambahkan 5 mL 1,10 phenantrolin, masukkan kertas *congo red*, atur hingga pH larutan menjadi 3,5 – 4,0 dengan penambahan larutan NH_4OH (1:1). Tambahkan 5 mL larutan penyangga asetat;
- d) Encerkan dengan air sampai tanda batas, homogenkan. Diamkan selama 15 menit.
- e) Untuk blanko masukkan semua pereaksi yang digunakan ke dalam labu ukur 100 mL, tanda bataskan, homogenkan, diamkan selama 15 menit;
- f) Ukur larutan contoh uji dan blanko dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 510 nm.

6.5.1.5 Perhitungan

$$\text{Kadar Fe (mg/kg)} = \frac{(A-B) \times 1\,000}{W}$$

Keterangan:

- A adalah kandungan Fe dalam contoh uji (mg);
- B adalah kandungan Fe dalam blanko (mg);
- W adalah berat contoh uji (g).

6.5.2 Analisa kadar besi (Fe) dengan *Atomic Absorption Spectrometry* (AAS) dan *Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometer* (ICP-AES)

6.5.2.1 Prinsip

Analisis besi berdasarkan pada proses penyerapan atau pemancaran energi radiasi atom pada panjang gelombang tertentu. Dengan AAS penyerapan energi radiasi pada panjang gelombang 248,33 nm, sedangkan ICP-AES pemancaran energi radiasi pada panjang gelombang 259,940 nm.

CATATAN Panjang gelombang yang lain dapat dipakai jika menghasilkan sensitivitas yang lebih baik. Kondisi pengoperasian alat disesuaikan dengan jenis dan tipe alat yang digunakan.

6.5.2.2 Peralatan

- a) *Atomic Absorption Spectrophotometer* (AAS) dengan lampu katoda Fe atau *Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometer* (ICP-AES);
- b) Pipet ukur;
- c) Labu ukur 100 mL;
- d) Botol timbang.

6.5.2.3 Pereaksi

- Larutan standar Fe 1 000 mg/L
Larutkan 1,000 g Fe dalam 100 mL HCl (1:1), panaskan sampai larut sempurna, dinginkan dan encerkan dengan air sampai tanda batas di dalam labu ukur 1 L, homogenkan.
- Larutan standar Fe 100 mg/L
Pipet 10 mL larutan standar induk Fe 1 000 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL, tambah air sampai tanda batas, homogenkan.
- Larutan HCl (1:1)
Encerkan 100 mL larutan HCl pekat (berat jenis 1,19) dengan 100 mL air, homogenkan.

6.5.2.4 Cara kerja

6.5.2.4.1 Persiapan contoh

- Timbang 10 g contoh uji dalam botol timbang;
- Pindahkan ke dalam labu ukur 100 mL, bilas dan tambahkan air sampai tanda batas, homogenkan;
- Larutan contoh uji siap diukur dengan AAS atau ICP-AES.

6.5.2.4.2 Pembuatan larutan standar

- Siapkan lima buah labu ukur 100 mL, pipet larutan standar Fe 100 mg/L dan masukkan ke dalam labu ukur masing-masing; 0 mL; 0,2 mL; 0,5 mL; 1,0 mL dan 2,0 mL;
- Tambahkan masing-masing 5 mL HCl (1:1), dan encerkan dengan air sampai tanda batas, homogenkan.

6.5.2.5 Pengukuran

Ukur larutan standar dan larutan contoh uji dengan AAS atau ICP-AES.

6.5.2.6 Perhitungan

$$\text{Kadar Fe (mg/kg)} = \frac{A \times 100}{W}$$

Keterangan:

- A adalah konsentrasi Fe hasil pengukuran (mg/L);
W adalah berat contoh uji (g);
100 adalah volume akhir contoh uji (mL).

6.6 Analisa kadar timbal (Pb) dengan *Atomic Absorption Spectrometry* (AAS) dan *Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometer* (ICP-AES)

6.6.1 Prinsip

Analisis timbal berdasarkan pada proses penyerapan dan pemancaran energi radiasi atom pada panjang gelombang tertentu. Dengan AAS penyerapan energi radiasi pada panjang gelombang 283,30 nm, sedangkan ICP-AES pemancaran energi radiasi pada panjang gelombang 220,353 nm.

CATATAN Panjang gelombang yang lain dapat dipakai jika menghasilkan sensitivitas yang lebih baik. Kondisi pengoperasian alat disesuaikan dengan jenis dan tipe alat yang digunakan.

6.6.2 Peralatan

- Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS)* dengan lampu katoda Pb atau *Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometer (ICP-AES)*;
- Pipet ukur;
- Labu ukur 100 mL;
- Botol timbang.

6.6.3 Pereaksi

- Larutan induk standar Pb 1 000 mg/L
Larutkan 1,599 g $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dalam sedikit larutan HNO_3 (1:1), tambahkan 20 mL HNO_3 (1:1) dan encerkan dengan air sampai tanda batas di dalam labu ukur 1 L, homogenkan.
- Larutan standar Pb 20 mg/L
Pipet 20 mL larutan standar induk Pb 1 000 mg/L ke dalam labu ukur 1 000 mL, tambah air sampai tanda batas, homogenkan.
- Larutan HNO_3 (1:1)
Encerkan 100 mL larutan HNO_3 pekat (berat jenis 1,41) dengan 100 mL air, homogenkan.

6.6.4 Cara kerja

6.6.4.1 Persiapan contoh

- Timbang 10 g contoh uji dalam botol timbang;
- Pindahkan ke dalam labu ukur 100 mL, bilas dan tambahkan air sampai tanda batas, homogenkan;
- Larutan contoh uji siap diukur dengan AAS atau ICP-AES.

6.6.4.2 Pembuatan larutan standar

- Siapkan lima buah labu ukur 100 mL, pipet larutan standar Pb 20 mg/L dan masukkan ke dalam labu ukur masing-masing; 0 mL; 1,0 mL; 2,0 mL; 3,0 mL dan 5,0 mL;
- Tambahkan masing-masing 5 mL HNO_3 (1:1), dan encerkan dengan air sampai tanda batas, homogenkan.

6.6.5 Pengukuran

Ukur larutan standar dan larutan contoh uji dengan AAS atau ICP-AES.

6.6.6 Perhitungan

$$\text{Kadar Pb (mg/kg)} = \frac{A \times 100}{W}$$

Keterangan:

- A adalah konsentrasi Pb hasil pengukuran (mg/L);
W adalah berat contoh uji (g);
100 adalah volume akhir contoh uji (mL).

6.7 Kadar merkuri sebagai (Hg)

6.7.1 Analisa kadar merkuri (Hg) dengan *Atomic Absorption Spectrophotometer* (AAS) dengan *Mercury Vaporizer Unit (MVU)* atau *Vapor Gas Analyzer (VGA)*

6.7.1.1 Prinsip

Merkuri dioksidasi oleh kalium permanganate menjadi ion merkuri, kemudian direduksi menjadi logam merkuri. Uap logam merkuri yang terbentuk diukur dengan analisis "*cold vapor atomic absorption*".

6.7.1.2 Peralatan

- a) Gelas piala 250 mL;
- b) *Atomic Absorption Spectrophotometer* (AAS);
- c) *Mercury Vaporizer Unit* (MVU) atau *Vapor Gas Analyzer* (VGA).

6.7.1.3 Pereaksi

- a) Larutan H_2SO_4 pekat (berat jenis 1,84)
- b) Larutan HNO_3 pekat (berat jenis 1,41)
- c) Larutan KMnO_4 50 g/L
- d) Larutan $\text{NaCl-NH}_2\text{OH.HCl}$
Larutkan 12 g NaCl dan 12 g $\text{NH}_2\text{OH.HCl}$ dalam 100 mL air suling.
- e) Larutan SnCl_2
Larutkan secara perlahan 25 g SnCl_2 dengan 12,5 mL HCl pekat kemudian tambahkan air suling hingga 250 mL.
- f) Larutan indikator p-nitrophenol (PNP) 0,2%
- g) Larutan induk standar Hg 1 000 mg/L
Larutkan 1,354 g HgCl_2 dalam air, tambahkan 50 mL HNO_3 pekat dan encerkan dengan air sampai tanda batas di dalam labu ukur 1 L, homogenkan.
- h) Larutan standar Hg 1 mg/L
Pipet 1 mL larutan standar induk Hg 1 000 mg/L ke dalam labu ukur 1 000 mL, tambah air sampai tanda batas, homogenkan.
- i) Larutan standar Hg 0,1 mg/L
Pipet 10 mL larutan standar Hg 1 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL, tambah air sampai tanda batas, homogenkan.

6.7.1.4 Cara kerja

6.7.1.4.1 Pembuatan larutan standar

- a) Siapkan lima labu ukur 250 mL, Pipet dan masukkan ke masing-masing labu larutan standar Hg (1 mL = 0,1 μg Hg): 0 mL, 0,5 mL, 1,0 mL, 2,0 mL dan 3,0 mL;
- b) Pada setiap labu, tambahkan air \pm 100 mL;
- c) Tambahkan pereaksi-pereaksi berikut, dan kocok setelah penambahan setiap pereaksi: 5 mL larutan H_2SO_4 pekat, 2,5 mL larutan HNO_3 pekat, 15 mL larutan KMnO_4 50 g/L, 8 mL larutan $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 50 g/L dan 6 mL larutan $\text{NaCl-NH}_2\text{OH.HCl}$;
- d) Tambah air suling sampai tanda batas, kocok sampai homogeny.

6.7.1.4.2 Persiapan contoh uji

- Timbang contoh uji 10 g dalam gelas piala 250 mL;
- Tambahkan ± 100 mL air, aduk sampai merata;
- Tambahkan pereaksi-pereaksi berikut, dan kocok setelah penambahan setiap pereaksi: 5 mL larutan H_2SO_4 pekat, 2,5 mL larutan HNO_3 pekat, 50 mL larutan KMnO_4 50 g/L dan 8 mL larutan $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 50 g/L;
- Panaskan dalam penangas air bersuhu 95°C selama 2 jam, dinginkan hingga suhu ruang (saring bila perlu);
- Tambahkan 6 mL larutan $\text{NaCl-NH}_2\text{OH.HCl}$, kocok sampai homogeny;
- Pindahkan larutan ke dalam labu ukur 250 mL, dan tambahkan air demineral sampai tanda batas, kocok sampai homogeny;
- Untuk larutan blanko, tambahkan 100 mL air suling ke dalam gelas piala 250 mL, ikuti langkah (b) sampai (f).

6.7.1.4.3 Pengukuran

- Hidupkan sistem sirkulasi alat MVU dan atur sampai laju alir 1 L/menit;
- Masukan larutan standar, contoh uji dan blanko ke labu reduksi MVU, tambahkan 5 mL SnCl_2 100 g/L dan sesegera mungkin hubungkan dengan peralatan aerasi;
- Ukur absorban dengan AAS.

6.7.1.5 Perhitungan

$$\text{Kadar Hg (mg/kg)} = \frac{(A-B)}{S}$$

Keterangan:

- A adalah kandungan Hg dalam contoh uji (μg);
 B adalah kandungan Hg dalam blanko (μg);
 S adalah berat contoh uji (g).

6.7.2 Analisa kadar merkuri (Hg) dengan *Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometer (ICP-AES)*

6.7.2.1 Prinsip

Analisis merkuri berdasarkan pada proses pemancaran energi radiasi atom pada panjang gelombang 194,227 nm.

CATATAN Panjang gelombang yang lain dapat dipakai jika menghasilkan sensitivitas yang lebih baik. Kondisi pengoperasian alat disesuaikan dengan jenis dan tipe alat yang digunakan.

6.7.2.2 Peralatan

- Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometer (ICP-AES)*;
- Pipet ukur;
- Labu ukur 100 mL;
- Botol timbang.

6.7.2.3 Pereaksi

- Larutan induk standar Hg 1 000 mg/L
Larutkan 1,354 g HgCl₂ dalam air, tambahkan 50 mL HNO₃ pekat dan encerkan dengan air sampai tanda batas di dalam labu ukur 1 L, homogenkan.
- Larutan standar Hg 10 mg/L
Pipet 10 mL larutan standar induk Hg 1 000 mg/L ke dalam labu ukur 1 000 mL, tambah air sampai tanda batas, homogenkan.
- Larutan HNO₃ (1:1)
Encerkan 100 mL larutan HNO₃ pekat (berat jenis 1,41) dengan 100 mL air, homogenkan.

6.7.2.4 Cara kerja

6.7.2.4.1 Persiapan contoh

- Timbang 20 g contoh uji dalam botol timbang;
- Pindahkan ke dalam labu ukur 100 mL, bilas dan tambahkan air sampai tanda batas, homogenkan;
- Larutan contoh uji siap diukur dengan ICP-AES.

6.7.2.4.2 Pembuatan larutan standar

- Siapkan lima buah labu ukur 100 mL, pipet larutan standar Hg 10 mg/L dan masukkan ke dalam labu ukur masing-masing; 0 mL; 0,1 mL; 0,2 mL; 0,5 mL dan 1,0 mL;
- Tambahkan masing-masing 5 mL HNO₃ (1:1), dan encerkan dengan air sampai tanda batas, homogenkan.

6.7.2.5 Pengukuran

Ukur larutan standar dan larutan contoh uji dengan ICP-AES.

6.7.2.6 Perhitungan

$$\text{Kadar Hg (mg/kg)} = \frac{A \times 100}{W}$$

Keterangan

- A adalah konsentrasi Hg hasil pengukuran (mg/L);
W adalah berat contoh uji (g);
100 adalah volume akhir contoh uji (mL).

7 Syarat lulus uji

Asam klorida teknis dinyatakan lulus uji apabila memenuhi syarat mutu pada Pasal 4.

8 Pengemasan

Asam klorida teknis dikemas dalam wadah yang tertutup rapat, kuat dan tidak mempengaruhi isi serta aman selama transportasi, distribusi dan penyimpanan.

9 Penandaan

Pada kemasan dan/atau dokumen surat jalan sekurang-kurangnya mencantumkan:

- nama dan tipe produk;
- nama dan alamat produsen;
- kode produksi;
- berat bersih; dan
- tanda peringatan sesuai klasifikasi bahan.



Bibliografi

ASTM E 224-08, *Standard Test Methods for Analysis of Hydrochloric Acid*

ASTM E 200-97 (Reapproved 2001)e1, *Standard Practice for Preparation, Standardization, and Storage of Standard and Reagent Solution for Chemical Analysis*

ASTM D 2022-89 (Reapproved 2008), *Standard Test Methods of Sampling and Chemical Analysis of Chlorine-Containing Bleaches*

ISO 2762-1973, *Hydrochloric acid for industrial use – Determination of soluble sulphates – Turbidimetric method*

US EPA Method 200.7, *Determination of Metals and Trace Elements in Water and Wastes by Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission Spectrometry*

Hawley's Condensed Chemical Dictionary, 15th edition, 2007

